



①9 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 41 35 357 A 1**

⑳ Aktenzeichen: P 41 35 357.9  
㉑ Anmeldetag: 26. 10. 91  
㉒ Offenlegungstag: 29. 4. 93

㉓ Int. Cl.<sup>5</sup>:  
**G 01 N 33/44**  
G 01 N 21/51  
G 01 N 35/00  
// C08B 11/02,B01F  
17/42

DE 41 35 357 A 1

㉔ Anmelder:  
Hoechst AG, 6230 Frankfurt, DE

㉕ Erfinder:  
Erfinder wird später genannt werden

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

㉖ Anordnung zur automatischen photometrischen Bestimmung des temperaturabhängigen und reversiblen Lösezustandes von Celluloseethern und anderen organischen Substanzen

DE 41 35 357 A 1

## Beschreibung

Aus der Chemie sind vielfältige Substanzen bekannt, die in wäßriger oder elektrolythaltiger Lösung bei Temperaturänderung ihren Lösezustand verändern. Diese Veränderungen treten bei produktspezifischen, d. h. mit der Hydrophilie und Hydrophobie der Substanz zusammenhängenden Temperaturen auf und können z. B. viskosimetrisch oder photometrisch erfaßt werden.

Aus R. Schwarz und J. Strnad, Tenside Surfactants Detergents 24 (1987) 3, 143—145 geht hervor, daß zur exakten Bestimmung der sogenannten Kraftpunkte von Tensiden hierzu folgende Meßanordnung benötigt wird: Photometer mit Meßzelle, Temperaturmeßgerät, Temperiereinheit, Programmgeber für Aufheizgeschwindigkeit, Rührer und (x/y)-Schreiber. Wesentliches Merkmal der beschriebenen Kraftpunktbestimmung ist, daß die Tensidlösung über den Kraftpunkt hinaus erwärmt und in der Meßzelle danach auf 0°C abgekühlt wird. Die eigentliche Messung erfolgt dann durch Erwärmen mit konstanter Heizgeschwindigkeit von 0,5°C/min. Dabei wird die beim Erwärmen zunehmende Transparenz als Funktion der Proben temperatur von dem (x/y)-Schreiber als Kurve aufgezeichnet. Eine Messung der Transparenzänderung beim Abkühlen erfolgt nicht.

Für Celluloseether wird ein ähnliches photometrisches Verfahren von N. Sarkar, Journal of Applied Polymer Science 24 (1979), 1073—1087 beschrieben. Auch hier wird nur der Trübungsverlauf der Celluloseetherlösung beim Aufheizen erfaßt.

Bisher bekannte photometrische Verfahren beschränken sich nur auf die Erfassung des Trübungsverlaufes beim Aufheizen der Proben.

Überraschenderweise wurde gefunden, daß Celluloseether produktspezifische De- und Rehydratationsphänomene aufweisen, die photometrisch beim Erwärmen und Abkühlen der Celluloseetherlösungen erfaßt werden können. Dieser prinzipielle Befund ist in R. Dönges, British Polymer Journal 23 (1990), 315—326 veröffentlicht worden, und auch daß der temperaturabhängige reversible Trübungsverlauf bei Celluloseethern beim Aufheizen und Abkühlen nicht deckungsgleich sein muß, wird in der gleichen Literaturstelle erwähnt. Eine apparative Anordnung zur Messung derartigen Hysterese kurven sowie die hierzu notwendigen experimentellen Erfordernisse werden jedoch nicht beschrieben.

Ein derartiges Thermo-Trübungsverfahren ist jedoch gerade im Fall der Celluloseether von Bedeutung, weil die reversiblen Übergänge vom gelösten Zustand in den ausgeflockten Zustand und umgekehrt einen praxisnahen Bezug haben. Dies betrifft Methylcellulosen (MC), Methylhydroxyethylcellulosen (MHEC), Methylhydroxypropylcellulosen (MHPC), Hydroxypropylcellulosen (HPC), Hydroxyethylcellulosen (HEC) und sonstige Celluloseether, die z. B. im Baustoff-, Farben-, Kosmetik-, Textil- und Lebensmittelsektor und anderen industriellen Bereichen eingesetzt werden.

Aufgabe der Erfindung ist es, eine Anordnung zur Verfügung zu stellen, mit deren Hilfe die produktspezifischen De- und Rehydratationsphänomene bei Celluloseetherlösungen in Abhängigkeit der Temperatur automatisch und reproduzierbar dargestellt werden können.

Darüberhinaus ist es die Aufgabe der Erfindung, ein photometrisches Verfahren bereitzustellen, mit dem der Einfluß der hydrophilen und hydrophoben Komponenten des Celluloseethers auf die reversible temperaturabhängige Löslichkeit schnell quantifiziert werden kann. In Kenntnis dieser produktspezifischen (TTF)-Kenndaten, d. h. Thermo-Trübungs-Photometrie-Kenndaten, wird die anwendungsbezogene Auswahl des betreffenden Celluloseethers für sensible Einsatzbereiche erleichtert.

Diese Aufgabe wird durch die Anordnung nach Anspruch 1 und durch das Verfahren nach Anspruch 2 gelöst.

Gegenstand der Erfindung ist eine Anordnung zur automatischen photometrischen Bestimmung der reversiblen temperaturabhängigen Löslichkeit von Celluloseethern, wobei im Durchlicht- oder Streulichtverfahren gearbeitet werden kann.

Fig. 1 zeigt die erfindungsgemäße Anordnung.  
Die Anordnung umfaßt folgende Geräte:

1. Steuergerät (1),
2. temperierbare Küvette (2) zur Aufnahme der,
3. Probenlösung (3),
4. Thermostat für Heiz- und Kühlzyklus (4),
5. Temperaturmeßgerät (5),
6. Temperaturmeßfühler (6),
7. (x/y)-Schreiber zur gleichzeitigen Aufzeichnung von Proben temperatur und Photometersignal (7),
8. Photometer (8).

Das Steuergerät ist ein funktionelles Merkmal der vorliegenden Erfindung. Es stellt die zentrale Überwachungs- und Steuereinheit dar und kommuniziert mit den angeschlossenen Geräten. Seine wesentliche Funktion besteht in der produktgeführten Steuerung beim thermischen Belastungstest der Celluloseetherlösung. Unter dem Begriff "produktgeführt" ist dabei zu verstehen, daß der vom jeweiligen Veretherungsparameter abhängige Thermo-Trübungsverlauf in entsprechende elektronische Signale umgewandelt wird. Bei stetigem Soll/Ist-Vergleich der elektronischen Daten wird erst nach Erreichen vorprogrammierter Grenzwerte in der Aufheiz- und Abkühlphase ein geänderter definierter Meßablauf eingeleitet.

Weitere Funktionsschritte des Steuergerätes sind:

- Aufheizen und Abkühlung der Probenlösung mit vorwählbarer Geschwindigkeit
- Steuern und Überwachen des Proben temperaturverlaufes und der Probenlösung
- variabel einstellbare Umkehrzeit am Temperaturwendepunkt, direkte oder mit vorwählbarer Haltezeit

verzögerte Abkühlung der Probe und

– Abschalten des Meßdurchlaufs bei Erreichen einer einstellbaren unteren Grenztemperatur (Testende).

Mit dem Testende liegt ein auf dem (x/y)-Schreiber aufgezeichnetes Thermo-Trübungsdiagramm vor.  
Gegenstand der Erfindung ist ebenfalls ein Verfahren zur Bestimmung der reversiblen temperaturabhängigen Lösecharakteristik polymerer Substanzen mittels Photometrie im Durch- oder Streulicht umfassend

- a) Vorgabe eines reversibel zu durchlaufenden probenspezifischen, d. h. über die Thermo-Trübung der Probe selbst gesteuerten Temperaturbereiches ( $T_{\min}$  bis  $T_U$ ),
- b) Vorgabe eines reversibel zu durchlaufenden Bereiches der Durchlicht-respektive Streulichtintensität, z. B. Transparenz,
- c) Vorgabe eines maximalen, nicht überschreitbaren Temperaturgrenzwertes der Probe ( $T_{\max}$ ),
- d) Vorgabe einer gewünschten Aufheiz-/Abkühlgeschwindigkeit, d. h. definierte thermische Belastung der Probe,
- e) Ermittlung der Lichtdurchlässigkeit und/oder Streulichtcharakteristik der Probe bei der jeweiligen Temperatur in Ruhe oder unter Rühren und
- f) Aufzeichnung des resultierenden Photometersignales in Abhängigkeit von der jeweiligen Temperatur in der Aufheiz- und Abkühlphase mit einem Aufzeichnungsgerät vom (x/y)-Typ.

Fig. 2 zeigt die graphische Darstellung des Trübungsverlaufes einer Celluloseetherlösung als Funktion der Temperatur nach dem erfindungsgemäßen Verfahren. Die Transparenz (TP) wird in Prozent angegeben.

Im folgenden werden Aufbau und Funktionsweise der erfindungsgemäßen Vorrichtung gemäß Fig. 1 beschrieben.

Als Trübungsmeßgerät wurde ein Colorimeter Typ E 1009, der Firma Metrohm KG eingesetzt. Als Probengefäß kam eine Messingküvette mit Planglasfenstern zur optimalen Wärmeleitfähigkeit zum Einsatz. Ihre Geometrie ist dem Colorimeter-Meßeinsatz angepaßt. Als Thermostat diente ein Gerät der Firma Haake, Typ F/FE2, mit Kontaktthermometer. Als (x/y)-Schreiber fand Typ 7015 A von Firma Hewlett Packard Verwendung, als Temperaturmeßgerät Kelvitron, Typ TMC 2.3, der Firma Heraeus mit Analogausgang. Das Steuergerät wurde in der elektronischen Werkstatt der Physikabteilung entwickelt und aufgebaut.

Die in der Meßküvette befindliche Probenlösung wird mit vorgegebener Geschwindigkeit aufgeheizt. Hierzu ist die Küvette über Schlauchleitungen mit dem Thermostaten verbunden. Der lineare Temperaturanstieg wird durch Antrieb des Kontaktthermometer-Einstellknopfes mit Hilfe eines Schrittschaltmotors erzielt. Zur Messung des Temperaturverlaufes in der Testlösung dient das Temperaturmeßgerät mit einem dünnen PT 100-Temperaturfühler, der unmittelbar in die Lösung eintaucht und nahe am optischen Strahlengang positioniert ist. Der Analogausgang des Temperaturmeßgerätes führt zur Registrierung auf dem (x/y)-Schreiber und zur Erfassung vorgegebener Temperaturwerte auf das Steuergerät. Die Trübung der Probe wird vom Photometer aufgenommen, wobei ebenfalls der entsprechende Ausgangswert sowohl auf dem (x/y)-Schreiber als auch auf das Steuergerät geleitet wird.

Im produktspezifischen Koagulationsbereich der Probe (Fig. 2) steigt die Trübung mit der Temperatur schnell an. Der Temperaturbereich zwischen Trübungstemperatur ( $T_T$ ) und Koagulationstemperatur ( $T_K$ ) wird als Koagulationsbereich bezeichnet. Bei Erreichen eines einstellbaren Sollwertes der Probentransparenz im Bereich der produktspezifischen Koagulationstemperatur ( $T_K$ ) wird vom Steuergerät die Aufheizung der Probe entweder sofort oder zeitverzögert mit vorwählbaren Überheiztemperaturintervallen auf Abkühlen der Probe mit der gleichen Geschwindigkeit wie beim Aufheizen umgeschaltet. Nach Erreichen einer vorbestimmbaren unteren Proben temperatur ( $T_{\min}$ ) schaltet das Steuergerät den Meßvorgang ab und gibt das Signal Testende. Das produktspezifische Thermo-Trübungsdiagramm kann hiernach dem (x/y)-Schreiber entnommen werden.

Tritt beim Aufheizen einer Probe innerhalb des Temperaturbereiches der Anlage keine Trübung auf, so schaltet das Steuergerät bei Erreichen einer vorwählbaren maximalen Temperatur ( $T_{\max}$ ), z. B. bei 95°C, die Anlage sofort auf Abkühlen um. Hierdurch wird ein Überhitzen verhindert.

Das wesentliche Merkmal an dem erfindungsgemäßen Verfahren ist, daß der gesamte Prüfablauf automatisch, und zwar probenabhängig, d. h. den produktspezifischen Gegebenheiten entsprechend, vom Steuergerät geleitet wird. Dieses Funktionsmerkmal und seine Bedeutung wird nachfolgend am Beispiel einer Methylcellulose-Lösung erläutert.

Wird eine MC-Lösung erwärmt, so nimmt ihre Viskosität ( $\eta$ , mPa·s), gemäß N. Sarkar Journal of Applied Polymer Science 24 (1979), 1073–1087, in der in Fig. 3 dargestellten Weise ab. Oberhalb der Koagulationstemperatur, d. h. bei weiterem Erwärmen bildet sich ein Thermogel (b), d. h. die Viskosität steigt wieder an. Wird die gleiche MC-Lösung jedoch nur bis in die Nähe der Koagulationstemperatur erwärmt und ist die Verweilzeit dort nicht zu lang, d. h. unter 30 Minuten, so erhält man nur eine Vorwärts-/Rückwärtskurve beim Aufheizen und Abkühlen. Dies bedeutet, daß die thermische Vorgeschichte bei dieser Theologischen Messung bzgl. Höhe der Haltetemperatur und Verweilzeit eine große Rolle spielt (siehe (a)). Im Falle der erfindungsgemäßen Thermo-Trübungsphotometrie kommt daher der hierdurch definierten produktspezifischen Koagulationstemperatur eine wichtige Funktion zu. Wird nämlich die MC-Lösung direkt beim Erreichen der Koagulationstemperatur abgekühlt, so werden asymmetrische Hysteresekurven erhalten (Fig. 4). Wird die MC-Testlösung etwa 3°C bis 20°C, bevorzugt 5°C bis 10°C über die Koagulationstemperatur hinaus erwärmt und verbleibt sie in diesem Temperaturniveau entsprechend der Heiz-/Kühlrate von 0,3°C/min. bis 3°C/min. nur kurze Zeit, so wird eine reproduzierbare Thermo-Trübungsmessung erhalten (Fig. 5). Die Überheiztemperatur ist bei der erfindungsgemäßen Anordnung vorwählbar und wird über die Proben-trübung und somit produktspezifisch gesteuert. Die vier probenspezifischen Temperaturpunkte im TTF-Diagramm, der Koagulationsbereich (Trübungs- ( $T_T$ ) und

Koagulationstemperatur ( $T_K$ ) und Rücklösebereich (Rücklösetemperatur ( $T_R$ ) und Klarpunkttemperatur ( $T_{KL}$ )) stehen in unmittelbarer Korrelation zu den hydrophilen und hydrophoben Komponenten des Celluloseether-Makromoleküls (R. Dönges, British Polymer Journal 23 (1990), 315–326). Dadurch ergibt sich umgekehrt die Möglichkeit, die Synthese von Celluloseethern zu überwachen. Ferner eröffnen sich dadurch Möglichkeiten über entsprechende Derivate mit bekannten Veretherungsparametern mittels Thermo-Trübungsphotometrie von unbekannten Proben der gleichen Verbindungsklasse und Herstellungsweise die Veretherungswerte abzuschätzen. Wird die MC-Lösung nach herkömmlicher Weise einfach nur mit konstanter Heizrate, z. B. stets auf 95°C erwärmt und dann wieder abgekühlt, so erhält man in Anlehnung an den rheologischen Versuch Thermogelee und schlecht reproduzierbare Thermo-Trübungskurven (Fig. 6).

Die nachfolgenden Beispiele sollen die Erfindung erläutern.

### Beispiele

#### Celluloseether auf Basis MHEC mit unterschiedlichem Substitutionsgrad und unterschiedlicher Viskositätsstufe/Lösemittel: Wasser

DS(OCH <sub>3</sub> )	MS(OC <sub>2</sub> H <sub>4</sub> )	Viskositätsstufe/2%ig [mPa · s]	TTF-Daten <sup>a</sup> ) A (°C)	B (°C)
2,03	0,36	500	62–64	64–57
2,16	0,20	20 000	43–47	56–59
2,04	0,18	44 000	41–45	62–65
1,89	0,22	45 000	49–67	67–69
1,71	0,19	40 000	41–74	74–76
1,74	0,09	7 000	39–48	65–72
1,70	0,11	80 000	40–48	70–74
1,66	0,13	37 000	42–53	74–78
1,52	0,02	30	34–48	54–73
1,50	0,16	38 000	55–60	80–81
1,46	0,33	120 000	81–85	84–87
1,36	0,16	39 000	80–88	83–89
1,28	0,17	5 800	40–64	75–92
1,69	0,10	8 800	39–50	65–75
1,45	0,19	33 000	83–88	86–89
1,73	0,05	50	30–49	53–70

#### Celluloseether auf Basis MHPC mit unterschiedlichem Substitutionsgrad und unterschiedlicher Viskositätsstufe/Lösemittel: Wasser

DS(OCH <sub>3</sub> )	MS(OC <sub>3</sub> H <sub>6</sub> )	Viskositätsstufe/2%ig [mPa · s]	TTF-Daten <sup>a</sup> ) A (°C)	B (°C)
1,91	0,13	3 500	42–47	60–63
1,75	0,22	41 500	52–62	62–65
1,58	0,15	700	47–54	69–75
1,57	0,47	34 000	61–62	61–63
1,44	0,13	400	47–62	70–83
1,61	0,23	41 500	53–57	66–69
1,80	0,15	23 000	46–52	60–63
1,23	0,21	43 100	52–83	79–84
1,95	0,30	12 700	48–53	55–58
2,09	0,15	5 000	41–45	56–59
1,55	0,04	15 600	41–58	64–75
1,33	0,75	3 600	54–57	54–57
1,38	0,79	60 500	52–56	54–57
1,95	0,22	40	45–48	58–61
1,94	0,24	5	46–50	60–63
1,64	0,41	48 000	57–61	57–61

## Celluloseether auf Basis MC mit unterschiedlichem Substitutionsgrad in Wasser gelöst

DS(OCH <sub>3</sub> )	Viskositätsstufe/2%ig [mPa · s]	TTF-Daten <sup>a)</sup>	
		A (°C)	B (°C)
1,71	10	38—51	49—72
1,81	20	37—53	51—74

Tenside auf Basis C<sub>16</sub>/C<sub>18</sub>-Alkohol mit x Mol Ethylenoxid in 10%iger NaCl

			TTF-Daten <sup>a)</sup> A (°C)	B (°C)
®Genapol	UD 110 <sup>*)</sup>	11 Mol Ethylenoxid	62—65	62—65
®Genapol	T 110	11 Mol Ethylenoxid	59—61	59—61
®Genapol	T 150	15 Mol Ethylenoxid	71—73	71—73
®Genapol	T 180	18 Mol Ethylenoxid	76—79	76—78
®Genapol	T 250	25 Mol Ethylenoxid	77—79	77—79

\*) Undecylalkohol

## Tenside auf Basis Nonylphenolpolyglykolether in Wasser

			TTF-Daten <sup>a)</sup> A (°C)	B (°C)
®Arkopal	N 100	25 Mol Ethylenoxid	62—64	64—65

Celluloseether auf Basis HEC in 9%iger Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> gelöst

MS(OC <sub>2</sub> H <sub>4</sub> )	Koag.-Temp.
1,8	48°C
2,4	44°C
3,1	40°C

## Anmerkung:

- <sup>a)</sup> A = Rücklösebereich, bestehend aus Klarpunkt-(T<sub>K</sub>) und Rücklösetemperatur (T<sub>R</sub>)  
 B = Koagulationsbereich, bestehend aus Trübungs-(T<sub>T</sub>) und Koagulations-Temperatur (T<sub>K</sub>)

Viskositätsstufe = Höppler-Kugelfallviskosität der 2%igen Lösung in Wasser bei 20°C

®Genapol, ®Arkopal (Hersteller: Hoechst AG)

## Patentansprüche

1. Anordnung zur photometrischen Bestimmung des temperaturabhängigen produktspezifischen Lösezustandes von Celluloseethern und anderen durch Temperatur und/oder Elektrolyt koagulierbaren Substanzen, bestehend aus Durchlicht-/Streulichtphotometer (8) mit temperierbarer Küvette (2), Thermostaten (4), Temperaturmeßgerät (5), (x/y)-Schreiber (7) und Steuergerät (1) zur Überwachung und Selbststeuerung des automatischen Meßverfahrens über den produktspezifischen reversiblen Thermotrübungsverlauf.

2. Verfahren zur Bestimmung des produktspezifischen Lösezustandes von Celluloseethern und anderen durch Temperatur und/oder Elektrolyt koagulierbaren Substanzen, dadurch gekennzeichnet, daß eine 0,2 bis 3,0 gew.-%ige, bevorzugt 0,5 bis 2,0 gew.-%ige Lösung in Wasser mit oder ohne Elektrolytzusatz hergestellt wird, die Lösung mit 0,3 bis 3,0°C/min bis auf ein Temperaturniveau, welches 5—20°C oberhalb der jeweiligen produktspezifischen Koagulationstemperatur liegt, erwärmt wird, die Lösung in diesem Temperaturniveau entsprechend der Heiz-/Kühlrate nur geringe Zeit verbleibt und dann wieder mit der gleichen Geschwindigkeit abgekühlt wird.

3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die automatische Photometermessung sowohl die De- als auch Rehydratation der Celluloseether beim Aufheizen und Abkühlen erfaßt, wobei von besonderer Bedeutung ist, daß der Meßzyklus durch das veretherungsspezifische Trübungsverhalten der Probe gesteuert wird.

4. Verfahren nach Anspruch 2 oder 3 zur Abschätzung der hydrophoben und hydrophilen Komponenten des

Moleküls durch Korrelation der produktspezifischen Thermo-Trübungstemperatur im Koagulationsbereich, bestehend aus Trübungs- und Koagulationstemperatur, und Rücklösebereich bestehend aus Rücklöse- und Klarpunkttemperatur, mit entsprechenden Veretherungsanalysen klassischer Art (GC-Verfahren).

5. Einsatz von Wasser, Gemisch Wasser/organische Lösungsmittel und/oder elektrolythaltige wäßrige Lösungsmittel als Lösungsmittel.

Hierzu 5 Seite(n) Zeichnungen

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

- Leerseite -

Fig 1:

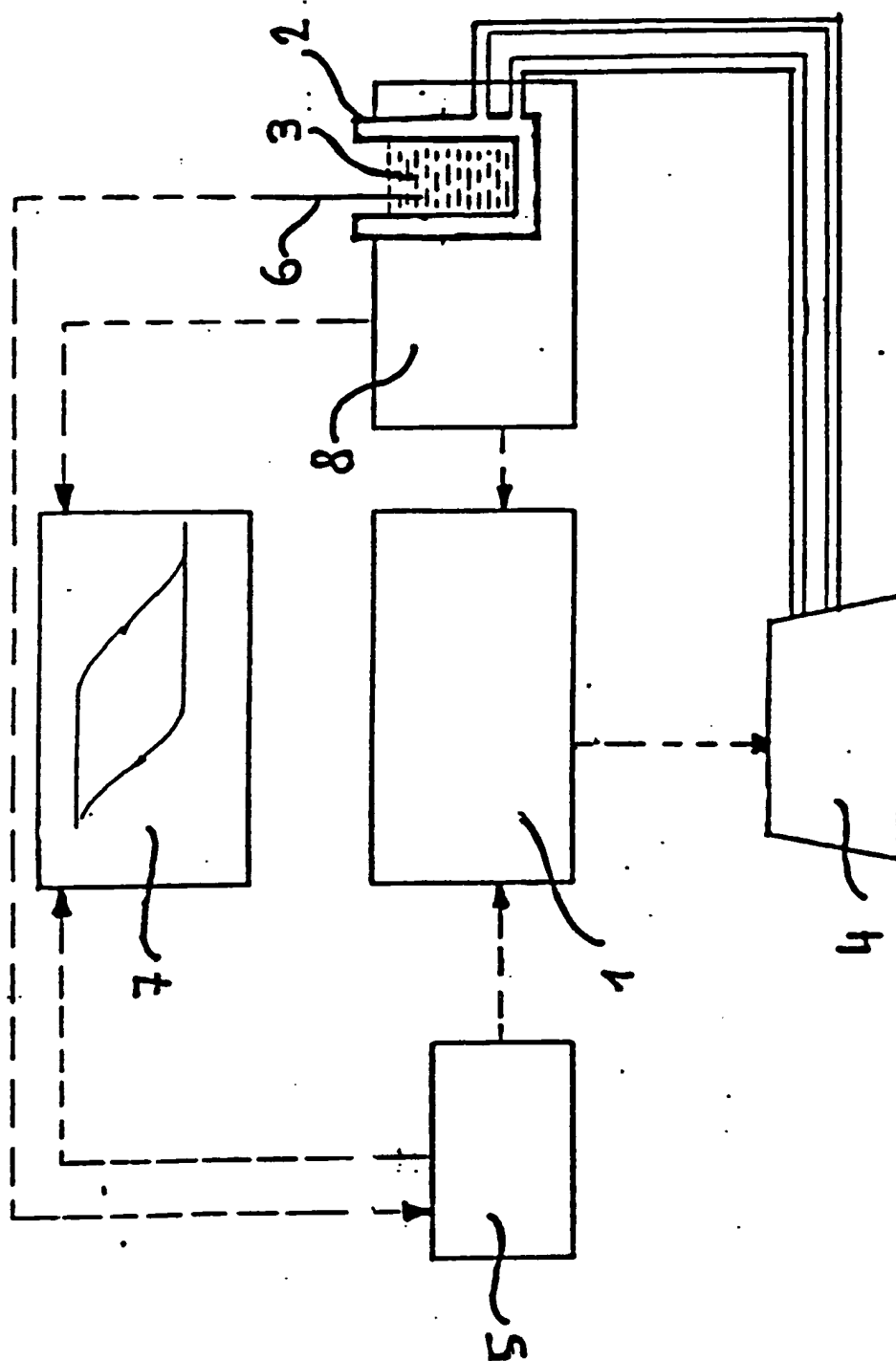


Fig 2:

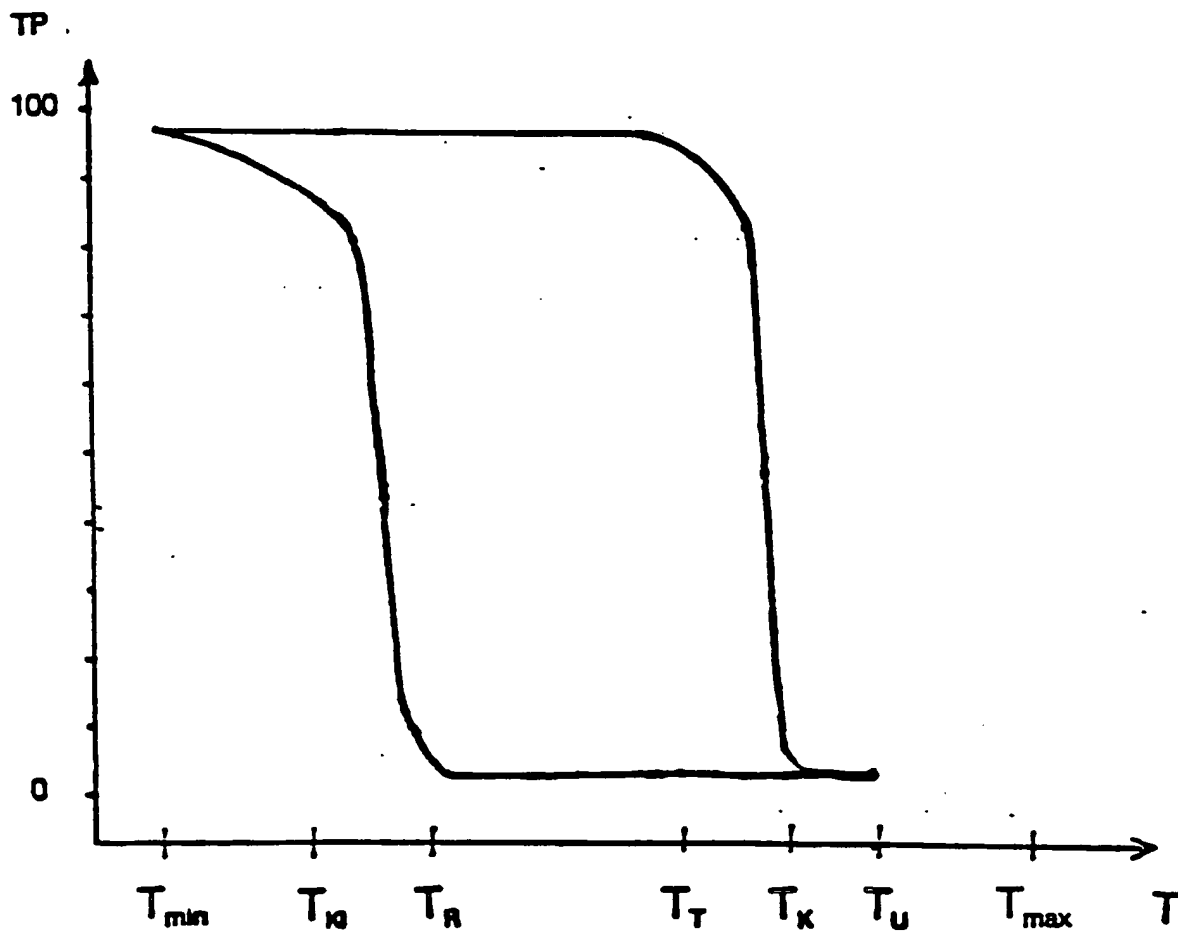


Fig.3

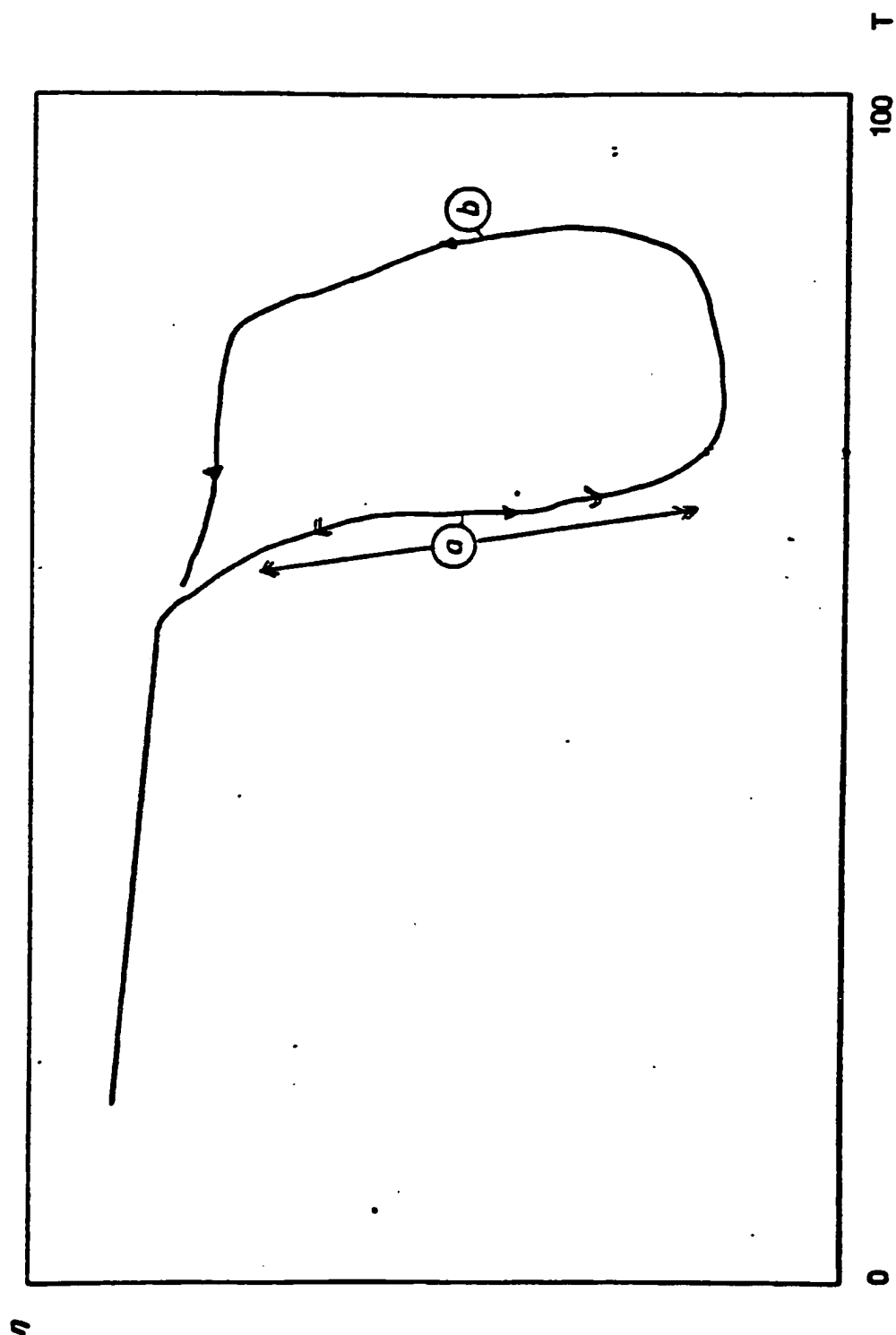


Fig 4:

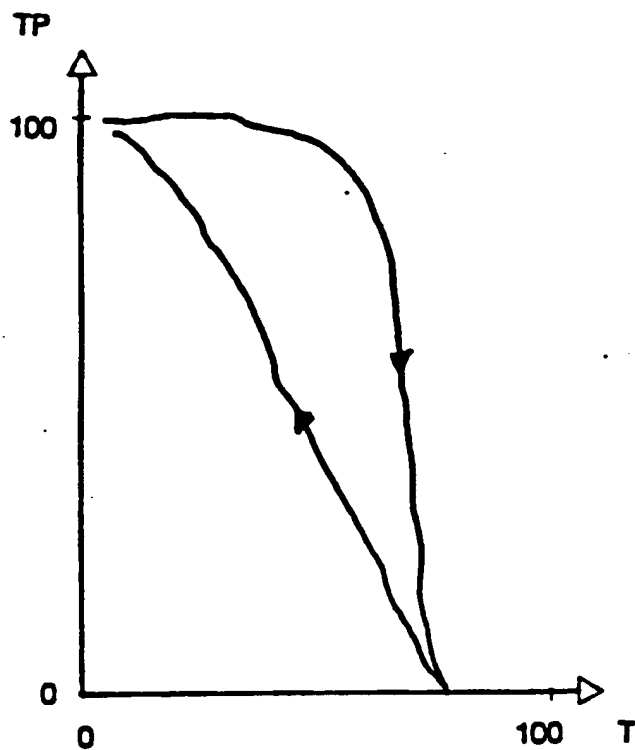


Fig 5:

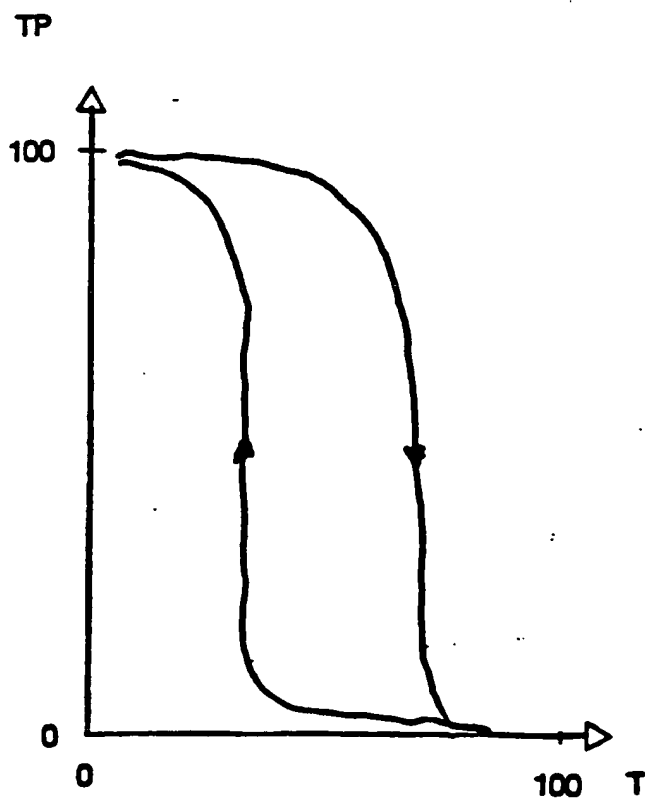
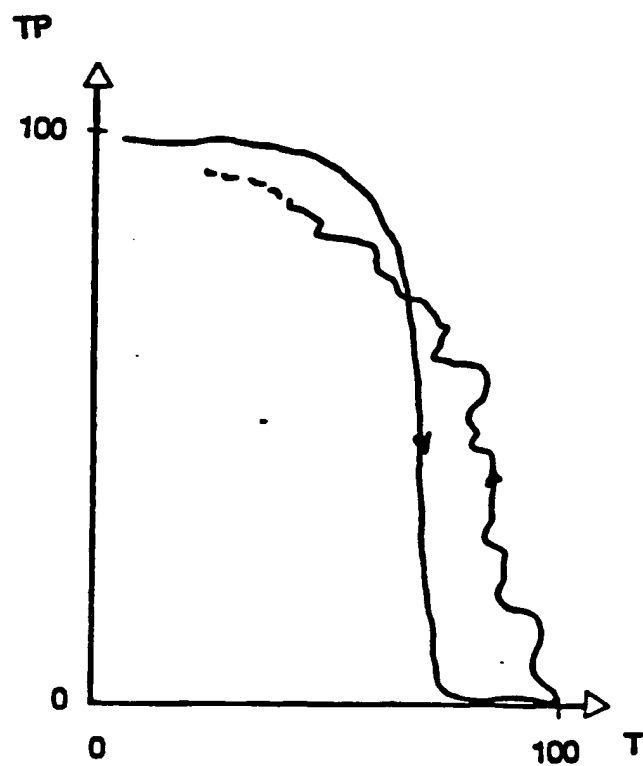


Fig 6:



L24 ANSWER 27 OF 169 CA COPYRIGHT 2006 ACS on STN

AN 119:273701 CA

TI Apparatus for the automatic photometric determination of the temperature-dependent and reversible solubility states of cellulose ethers and other organic substances, and its use

PA Hoechst A.-G., Germany

SO Ger. Offen., 11 pp.

PI DE 4135357 A1 19930429 DE 1991-4135357 19911026

PRAI DE 1991-4135357 19911026

AB An app. for monitoring and self-regulation of the automatic photometric measurement of product-specific reversible temp.-turbidity curves for cellulose ethers and other substances coagulated by temp. and/or electrolytes is disclosed. A schematic diagram of the app. is given.

TITLE: Device for photometric determ. of state of soln. of cellulose ether(s) - facilitating determ. of dehydration and rehydration of cellulose ether(s)

INVENTOR: HOYER, A; SCHERMANN, W ; SCHMIDT, W

PATENT-ASSIGNEE: HOECHST AG[FARH]

PRIORITY-DATA: 1991DE-4135357 (October 26, 1991)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO PUB-DATE

DE 4135357 A1 April 29, 1993

DE 4135357 C2 February 10, 1994

APPLICATION-DATA:

PUB-NO APPL-DESCRIPTOR APPL-NO APPL-DATE

DE 4135357A1 N/A 1991DE-4135357 October 26, 1991

ABSTRACTED-PUB-NO: DE 4135357A

BASIC-ABSTRACT: Device for the photometric determ. of the state of soln., dependent on temp. and specific to the prod., of cellulose ethers and other substances coagulatable by temp. and/or electrolytes, comprises a through light/stray light photometer with a cell with temp. control, thermostat, temp. gauge, (x/y) recorder and control for monitoring and auto-control of the automatic measuring process through the reversible course of heat opacity, specific to the prod.. Pref. a 0.2-3 (0.5-2) wt.% aq. soln. of the substance, opt. with addn. of an electrolyte, is heated at 0.3-3 deg.C./min. to a temp. 5-20 deg.C. above the coagulation temp. specific for the prod., is held at this level for only a short time, depending on the heating/cooling rate, and is cooled at the same rate. The automatic photometer measurement includes both de- and re-hydration of the cellulose ether on heating and cooling, with the measurement cycle controlled by the turbidity behaviour of the sample, specific to the etherification. The hydrophobic and hydrophilic components of the molecule are estimated by correlation of the heat turbidity temp. in the coagulation region, specific to the prod., comprising cloudiness and coagulation temp., and the re-soln. region, comprising re-soln. and clear point temp., with corresp. classical (GC process) etherification analysis. Water, a mixt. of water and organic solvent and/or an aq. soln. contg. electrolyte, are used as solvent.

USE - The de- and re-hydration of cellulose ethers, depending on temp., can be determined automatically and reproducibly, and the effect of the hydrophilic and hydrophobic components of the ethers can be rapidly quantified. Choice of cellulose ethers for application is facili

ABSTRACTED-PUB-NO: DE 4135357C

EQUIVALENT-ABSTRACTS: An arrangement for the photometric determ. of temp dependent, prod. specific soln. state of cellulose ethers or other substances able to be coagulated by heat and/or electrolytes comprises a light permeable/scattered light photometer with a thermostated cell, a thermostat, thermometer, (x,y) writer and control device with function units for the processing and correlation of temp and sample specific photometric data. The product specific solution state of a

cellulose ether is pref determined on a soln contg 0.2-3.0, esp 0.5-2.0 wt% ether in water or its mixt with an organic solvent, heating the soln. at a rate of 0.3-3.0 deg. C/min to a temp 3-20 deg. C above the relevant prod. specific coagulation temp, leaving the soln. at this temp. for not more than 30 min and cooling the soln at the same rate. An electrolyte is added to the soln..

USE/ADVANTAGE - For the determ. of the temp dependent solubility of cellulose ethers. An automatic, reproducible method.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/6 Dwg.0/0

TITLE-TERMS: DEVICE PHOTOMETER DETERMINE STATE SOLUTION CELLULOSE ETHER  
FACILITATE DETERMINE DEHYDRATE REHYDRATED CELLULOSE ETHER

DERWENT-CLASS: A11 A35 S03

CPI-CODES: A03-A04; A09-D03;

EPI-CODES: S03-E04C2; S03-E14D7; S03-E15;

UNLINKED-DERWENT-REGISTRY-NUMBERS: 1740U

POLYMER-MULTIPUNCH-CODES-AND-KEY-SERIALS:

Key Serials: 0223 0229 1981 2318 2343 2506 2507 2509 2571 2575 2668 3200 3201  
3202

Multipunch Codes: 014 03- 231 240 252 316 332 371 375 398 504 532 533 535 537  
54& 55& 56& 57-

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C1993-064643

Non-CPI Secondary Accession Numbers: N1993-110572